

BACCALAURÉAT SÉRIE S**Épreuve de PHYSIQUE CHIMIE
Évaluation des Compétences Expérimentales****Sommaire**

I. DESCRIPTIF DU SUJET DESTINÉ AUX ÉVALUATEURS	2
II. LISTE DE MATÉRIEL DESTINÉE AUX ÉVALUATEURS ET AUX PERSONNELS DE LABORATOIRE	3
III. ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT	4
1. Proposition d'un protocole (20 minutes conseillées).....	7
2. Détermination de la teneur en fer dans un vin (30 minutes conseillées)	8
3. Vérification de la qualité du vin (10 minutes conseillées).....	8

I. DESCRIPTIF DU SUJET DESTINÉ AUX ÉVALUATEURS

Tâches à réaliser par le candidat	<p>Dans ce sujet, le candidat doit :</p> <ul style="list-style-type: none"> proposer un protocole expérimental pour tracer une courbe d'étalonnage ; mesurer l'absorbance de différentes solutions de concentrations connues en ions Fe^{3+} ; tracer une courbe d'étalonnage ($A = f(C)$) et l'exploiter ; mettre en œuvre une dilution.
Compétences évaluées Coefficients respectifs	<ul style="list-style-type: none"> Analyser (ANA) : coefficient 2 Réaliser (REA) : coefficient 3 Valider (VAL) : coefficient 1
Préparation du poste de travail	<p><u>Avant le début de l'épreuve</u></p> <ul style="list-style-type: none"> Ouvrir le logiciel tableur-grapheur. Allumer le spectrophotomètre et régler la longueur d'onde sur $\lambda = 465 \text{ nm}$. Mettre à disposition du candidat des notices simplifiées d'utilisation du logiciel tableur-grapheur et du spectrophotomètre. <p><u>Entre les prestations des candidats</u></p> <ul style="list-style-type: none"> Réapprovisionner les différentes solutions utilisées. Vérifier qu'il reste suffisamment de solution étiquetée « blanc pour le vin » pour la mesure de l'absorbance du vin. Vérifier que la burette de thiocyanate de potassium est remplie, et que celle d'eau distillée est vide.
Déroulement de l'épreuve. Gestion des différents appels.	<p><u>Minutage conseillé</u></p> <ul style="list-style-type: none"> Proposition d'un protocole (20 minutes) Mise en œuvre du protocole (30 minutes) Détermination de la teneur en fer et conclusion (10 minutes) <p><u>Il est prévu 2 appels obligatoires de la part du candidat :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> lors de l'appel n°1, l'évaluateur vérifie le protocole expérimental proposé par le candidat ; lors de l'appel n°2, l'évaluateur vérifie la courbe d'étalonnage tracée par le candidat. <p>Le reste du temps, l'évaluateur observe le candidat en continu.</p>
Remarques	<p>Les fiches II et III sont à adapter en fonction du matériel utilisé par les candidats au cours de l'année.</p> <p><u>Remarques :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> Les concentrations des solutions étalons peuvent être adaptées en fonction du spectrophotomètre utilisé. L'eau oxygénée (solution de peroxyde d'hydrogène, H_2O_2), destinée à oxyder les ions Fe^{2+} du vin, est ajoutée au dernier moment car elle oxyde aussi lentement le complexe $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$, ce qu'il faut éviter ici. L'acide chlorhydrique sert à maintenir un milieu acide pour empêcher la formation d'un précipité d'hydroxyde de fer(III) ($\text{Fe}(\text{OH})_3(\text{s})$) marron. Le vin blanc absorbe légèrement dans la bande d'absorption du complexe rouge $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$.

II. LISTE DE MATÉRIEL DESTINÉE AUX ÉVALUATEURS ET AUX PERSONNELS DE LABORATOIRE

La version modifiable de l'ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT jointe à la version .pdf vous permettra d'adapter le sujet à votre matériel. Cette adaptation ne devra entraîner EN AUCUN CAS de modifications dans le déroulement de l'évaluation.

Paillasse candidats

- une calculette type « collège » ou un ordinateur avec fonction « calculatrice »
- un ordinateur avec un logiciel tableur-grapheur et sa notice d'utilisation
- une paire de gants et des lunettes de protection
- un spectrophotomètre et sa notice
- sept cuves de spectrophotométrie en plastique
- sept pipettes en plastique
- pipettes jaugées de 1,0 mL, 2,0 mL, 5,0 mL, 10,0 mL et 20,0 mL
- une burette étiquetée « thiocyanate de potassium » contenant 25,0 mL d'une solution de thiocyanate de potassium de concentration 1,0 mol.L⁻¹
- une burette de 25,0 mL étiquetée « eau distillée »
- un dispositif de pipetage ou une poire à pipeter
- une fiole jaugée de 50,0 mL munie d'un bouchon
- huit béchers de 100 mL
- une pissette d'eau distillée
- un erlenmeyer de 100 mL étiqueté « 50,0 mL de vin à doser » avec son bouchon contenant 50,0 mL de vin blanc à analyser
- trois fioles jaugées de 50,0 mL clairement étiquetées contenant les solutions étalons de concentrations 0,8 mg·L⁻¹, 1,6 mg·L⁻¹ et 4,0 mg·L⁻¹
- un flacon étiqueté « solution mère de Fe³⁺ » contenant 50 mL d'une solution mère d'alun de fer (III) de concentration massique 40,0 mg·L⁻¹ (1,72 g d'alun de fer (III) et d'ammonium, de formule (NH₄Fe(SO₄)₂ · 12 H₂O), dans 250 mL d'acide chlorhydrique à 1 % puis diluer au 1/20)
- un flacon étiqueté « eau oxygénée » contenant 20 mL d'une solution acidifiée d'eau oxygénée à 1 volume.
(Cette solution est préparée par dilution d'une solution d'eau oxygénée à 10 volumes avec de l'acide chlorhydrique de concentration 3,0 mol.L⁻¹)
- un flacon étiqueté « blanc pour le vin » contenant le mélange vin blanc et eau distillée pour effectuer le blanc pour la mesure de l'absorbance du vin dans les proportions suivantes : 50,0 mL de vin et 10,0 mL d'eau distillée
- un bidon de récupération pour les solutions usagées

Paillasse professeur

- une fiole jaugée de 50,0 mL contenant la solution étalon de concentration 8,0 mg·L⁻¹
- une clef USB contenant la courbe d'étalonnage faite avec les trois solutions étalons
- un bidon de récupération des solutions contenant des complexes de thiocyanate

III. ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT

NOM :	Prénom :
Centre d'examen :	n° d'inscription :

Ce sujet comporte **cinq** feuilles individuelles sur lesquelles le candidat doit consigner ses réponses.
Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen.

Dans ce sujet, le candidat doit agir en autonomie et faire preuve d'initiative tout au long de l'épreuve.
En cas de difficulté, le candidat peut solliciter l'examineur afin de lui permettre de continuer la tâche.
L'examineur peut intervenir à tout moment, s'il le juge utile.

L'utilisation d'une calculatrice ou d'un ordinateur autres que ceux fournis n'est pas autorisée.

CONTEXTE DU SUJET

Lors de la vinification (étapes de fabrication du vin), le vin se charge en ions fer au contact des cuves en inox dans lesquelles est stocké le vin. Si la quantité de fer est trop importante, le vin se trouble et devient non commercialisable. Chaque vigneron doit ainsi maîtriser la quantité de fer contenue dans son vin afin de le commercialiser.



Le but de cette épreuve est de déterminer la teneur en fer dans un vin pour savoir s'il est commercialisable.

Document 1 : Teneur en fer dans le vin

Au cours de la vinification, le vin est régulièrement en contact avec des matériels contenant du fer. Le vin se charge alors en ions fer.

Dans les vins maintenus à l'abri de l'air, le fer est à l'état ferreux ($\text{Fe}^{2+}(\text{aq})$), mais si le vin contient de l'oxygène dissous à la suite d'une aération, le fer passe à l'état ferrique ($\text{Fe}^{3+}(\text{aq})$). Sous cette forme, le fer risque de précipiter avec les ions phosphate contenus dans le vin et lui donner ainsi un aspect trouble préjudiciable à sa commercialisation. L'organisation de la vigne et du vin (OIV) recommande donc une teneur en fer dans le vin inférieure à $15 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ afin d'éviter cette précipitation appelée « casse ferrique ».

D'après le BUP n°775

Document 2 : Évaluation du risque de casse ferrique

La concentration massique du fer est déterminée grâce à un dosage par étalonnage à l'aide d'un spectrophotomètre. Pour cela, on utilise une solution d'eau oxygénée pour oxyder la totalité des ions Fe^{2+} présents dans le vin en ions Fe^{3+} . Les ions Fe^{3+} alors formés sont révélés par une solution de thiocyanate de potassium incolore, qui permet la formation du complexe $[\text{Fe}(\text{SCN})]^{2+}$ de couleur rouge.

Protocole :

Pour un échantillon de 50,0 mL de vin à doser, ajouter 5,0 mL d'eau oxygénée puis 5,0 mL de la solution de thiocyanate de potassium. Agiter et mesurer l'absorbance de la solution obtenue.

Document 3 : Dosage par étalonnage

Le dosage par étalonnage repose sur l'utilisation de solutions de concentrations connues appelées solutions étalons. Les concentrations des solutions étalons sont données dans le tableau ci-dessous.

Solution	1	2	3	4	Mère	
Concentration en ions Fe^{3+} en $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	0,8	1,6	3,2	6,4	40,0	40,0

Chaque solution étalon d'ions Fe^{3+} d'un volume de 50 mL est préparée à partir d'une solution mère d'ions Fe^{3+} de concentration massique $40,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

Pour préparer l'échelle de teintes dans les mêmes conditions que l'échantillon de vin à doser, on ajoute à 50,0 mL de chaque solution étalon, 5,0 mL de solution de thiocyanate de potassium et 5,0 mL d'eau distillée, puis on agite.

Document 4 : Absorbance et loi de Beer-Lambert

Lorsqu'un rayonnement traverse une cuve contenant une espèce chimique colorée en solution, on observe une diminution de l'intensité lumineuse à l'issue de cette cuve : il s'agit du phénomène d'absorbance.

La loi de Beer-Lambert, $A = k \cdot C$, illustre que l'absorbance A d'une solution est proportionnelle à la concentration C de l'espèce colorée. Le coefficient de proportionnalité k dépend de la nature de la solution et de la longueur d'onde du rayonnement utilisé pour les mesures.

Matériel mis à disposition du candidat

- une calculatrice type « collègue » ou un ordinateur avec fonction « calculatrice »
- un ordinateur avec un logiciel tableur-grapheur et sa notice d'utilisation
- une paire de gants et des lunettes de protection
- un spectrophotomètre et sa notice
- sept cuves de spectrophotométrie en plastique
- sept pipettes en plastique
- pipettes jaugées de 1,0 mL, 2,0 mL, 5,0 mL, 10,0 mL et 20,0 mL
- une burette pleine de 25,0 mL étiquetée « thiocyanate de potassium » contenant une solution de thiocyanate de potassium de concentration $1,0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$
- une burette de 25,0 mL étiquetée « eau distillée »
- un dispositif de pipetage ou une poire à pipeter
- une fiole jaugée de 50,0 mL munie d'un bouchon
- huit béchers de 100 mL
- une pissette d'eau distillée
- un erlenmeyer de 100 mL étiqueté « 50,0 mL de vin à doser » avec son bouchon contenant 50,0 mL de vin blanc à analyser
- trois fioles jaugées de 50,0 mL clairement étiquetées contenant les solutions étalons de concentrations $0,8 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$, $1,6 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ et $4,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$
- un flacon étiqueté « solution mère de Fe^{3+} » contenant 50 mL d'une solution mère d'ions Fe^{3+} de concentration massique $40,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$
- un flacon étiqueté « eau oxygénée » contenant une solution acidifiée d'eau oxygénée à 1 volume
- un flacon étiqueté « blanc pour le vin » contenant le mélange vin blanc et eau distillée pour effectuer le blanc pour la mesure de l'absorbance du vin
- un bidon de récupération pour les solutions usagées

TRAVAIL À EFFECTUER

1. **Proposition d'un protocole** (20 minutes conseillées)

Détailler les étapes de la préparation de 50,0 mL de la solution étalon de concentration $C = 8,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

Dans un premier temps, il faut calculer le volume de solution mère a relever pour obtenir 50,0 mL de solution fille de concentration $C=8,0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$. $V(\text{mere}) = (C(\text{fille})\cdot V(\text{fille}))/ (C(\text{mere})) = 10,0\text{mL}$

Je choisie donc une pipette jaugé de 10,0mL, ainsi qu'une fiole jauge de 50mL

je verse environ 20,0 mL de la solution mère dans un bécher (le double de ce qui est nécessaire)

Je prélève les 10,0mL nécessaire avec la pipette en m'assurant que le bas du ménisque coïncide avec le trait de jauge puis je les verse dans la fiole jaugé

je remplis ensuite la fiole au 3/4 avec de l'eau distille et agiter pour homogénéiser

j'ajoute cette fois de l'eau distille jusqu'au trait de jauge , puis je bouche et j'agite plusieurs fois.

Proposer un protocole mettant en œuvre une échelle de teintes pour déterminer la concentration massique en ions Fe^{3+} d'un vin à partir d'une courbe d'étalonnage.



Lorsque nous possédons l'échelle de teint, nous déterminons grâce au spectrophotomètre l'absorbance de toutes les solution étalons.

Nous allons rentrer ces valeurs que nous avons déterminées, plus les concentrations connues des solutions étalons à la main dans le logiciel regressi pour faire une droite étalon. Cette droite va par la suite nous servir de référence car une fois tracé c'est elle que nous allons considéré comme juste et non les autres valeurs expérimentales.

Nous allons par la suite déterminer l'absorbance de la solution à étudier en l'occurrence ici le vin, dans les même conditions pour lesquelles nous avons déterminé la droite d'étalonnage.



On détermine ensuite graphiquement en reportant la valeur trouvée sur le graphique précédent pour déterminer la concentration inconnue .

.....
.....
.....

	Appeler le professeur pour lui présenter le protocole expérimental ou en cas de difficulté	
---	---	---

2. **Détermination de la teneur en fer dans un vin** (30 minutes conseillées)

- Préparer la solution étalon manquante.
- Préparer l'échelle de teintes en utilisant les informations du document 3.
- Vérifier que le spectrophotomètre est bien réglé sur 465 nm puis l'utiliser pour faire les mesures permettant de tracer la courbe d'étalonnage.
- Tracer une courbe d'étalonnage à l'aide d'un tableur-grapheur.

APPEL n°2		
	Appeler le professeur pour lui présenter la courbe d'étalonnage ou en cas de difficulté	

- Préparer la solution de vin en suivant le protocole du document 2.
- Faire le « blanc » à l'aide de la solution étiquetée « blanc pour le vin » puis mesurer l'absorbance de la solution de vin fraîchement préparée.

À l'aide de la courbe d'étalonnage, déterminer la concentration en ions Fe^{3+} dans le vin.

A déterminer lors de l'expérience

.....

3. **Vérification de la qualité du vin** (10 minutes conseillées)

3.1. Le vin étudié respecte-t-il les recommandations de l'OIV pour sa commercialisation ?

Le vin étudié respecte les conditions ssi sa concentration massique repéré grâce a la droite étalonnage est inférieure à $15mg.L^{-1}$.

.....

.....

.....

3.2. Ne disposant pas de spectrophotomètre, un vigneron peut évaluer la concentration en ions Fe^{3+} en utilisant uniquement une échelle de teintes. Donner un avantage et un inconvénient de cette méthode.

Cette méthode est serte très rapide et peu couteuse pour le vigneron qui n'à pas forcentments le matérielle nécessaire, cependant cette méthode est bien moins précise.

.....

.....

.....

.....

3.3. Le décret n°2009-1307 du 27 octobre 2009 donne le cahier des charges pour la vinification en France : « Le matériel de vinification en fer oxydable doit être recouvert d'une couche de protection. » Expliquer pourquoi.

Ce décret à été mis en place pour éviter (au cas où le vin contient de l'oxygène dissous à la suite d'une aération, l) que le vin se charge d'ion fer.....

.....
.....

Défaire le montage et ranger la pailasse avant de quitter la salle. Les solutions contenant des complexes de thiocyanate sont à verser dans un bidon de récupération mis à disposition.